

1. ACIDEZ TOTAL

Determinação da acidez sulfúrica, expressa em miligramas de ácido sulfúrico por litro de amostra, através de titulometria de neutralização.

1.1. REAGENTES E SOLUÇÕES

- Solução indicadora de fenolftaleína 1%
- Solução de hidróxido de sódio 0,1N
- Solução padrão de biftalato de potássio 0,1N

1.2. PREPARO DAS SOLUÇÕES

Solução indicadora de fenolftaleína 1%: Pesar exatamente 1,0g de fenolftaleína e dissolver em 60mL de álcool etílico (C_2H_5OH) absoluto. Transferir para balão volumétrico de 100mL e completar o volume com água destilada. Armazenar esta solução em frasco de cor âmbar com rosca esmerilhada

Solução de hidróxido de sódio 0,1N: Pesar rapidamente e exatamente 4,0g de hidróxido de sódio (NaOH) e dissolver em um pouco de água. Transferir para balão de 1000mL e completar o volume com água destilada

Solução padrão de biftalato de potássio 0,1N: Pesar exatamente 20,4220g de biftalato de potássio ($C_8H_5KO_4$), seco em estufa, e dissolver em um pouco de água. Transferir para balão volumétrico de 1000mL e completar o volume com água destilada

1.3. PADRONIZAÇÃO DA SOLUÇÃO DE HIDRÓXIDO DE SÓDIO 0,1N

- Pipetar 25mL da solução de biftalato de potássio 0,1N erlenmeyer de 250mmL
- Adicionar 5 gotas da solução indicadora de fenolftaleína 1%
- Titular com hidróxido de sódio 0,1N
- Anotar o volume gasto (V_g), calcular a normalidade verdadeira e o fator de correção da concentração (F) do hidróxido de sódio:

$$N_{\text{verdadeira}} = 2,5 / V_g$$

$$F = N_{\text{verdadeira}} / 0,1$$

1.4. TÉCNICA

- Pipetar 20mL da amostra homogeneizada e filtrada e transferir para erlenmeyer de 250mL
- Adicionar 50mL de água destilada e 2-3 gotas da solução indicadora de fenolftaleína
- Encher a bureta com hidróxido de sódio 0,1N e proceder a titulação até a mudança de coloração ou até pH = 8,2 da solução, anotando o volume gasto (Vg)

1.5. CÁLCULOS

$$AT = \frac{Vg \times F \times N \times 49}{v}$$

Onde:

AT = acidez total (g de ácido sulfúrico/L)

Vg = volume da solução de hidróxido de sódio gasto na titulação (mL)

F = fator de correção da concentração da solução de hidróxido de sódio

N = normalidade da solução de NaOH

49 = equivalente do ácido sulfúrico

v = volume da amostra (mL)

Exemplo da aula prática (acidez total do vinho):

Vg = 18,24 mL

F = 0,99

N = 0,1

v = 20 mL

$$AT = 18,24 \times 0,99 \times 0,1 \times 49 / 20$$

AT = 4,42 g de ácido sulfúrico/L

2. ACIDEZ VOLÁTIL

2.1. PADRONIZAÇÃO DA RECUPERAÇÃO DE ÁCIDOS VOLÁTEIS EXPRESSOS EM ÁCIDO ACÉTICO

- Preparar uma solução de ácido acético contendo 1,2g de ácido acético glacial em 1000 ml de água destilada;
- Preparar uma solução de NaOH 0,05N, com água destilada fervida e resfriada.

2.1.1. PROCEDIMENTO

- Tomar uma alíquota de 10 ml da solução contendo 1,2g/L de ácido acético e introduzir na câmara do destilador Redutec;
- Fechar a saída lateral superior e conectar o condensador;
- Colocar o frasco erlenmeyer de 250 ml contendo 25 ml de água destilada de modo que a ponta do condensador esteja em contato com a água;
- Acione o mecanismo de aquecimento (reostato) para produzir ebulição na câmara produtora de vapor;
- Mantenha todas as torneiras fechadas e proceda a destilação com o máximo de arraste de vapor até que se obtenha um volume de 125 ml no frasco coletor. O destilado não deve sair quente do condensador;
- Desconecte ou retire o frasco erlenmeyer coletor do destilador Redutec;
- Adicione de 2 a 3 gotas de indicador de fenolftaleína 1% e leve para titulação;
- Titular com a solução de soda 0,05 N em bureta de máxima precisão possível;

2.1.2. CÁLCULO

- O fator f de padronização será obtido da seguinte forma:

$$f = \frac{4,00}{V_{gp}}$$

V_{gp} = volume de solução de NaOH 0,05 N gasto (ml)

Exemplo da aula prática: $V_{gp} = 3,70$ mL; portanto $f = 1,08$

2.2. DETERMINAÇÃO DA ACIDEZ VOLÁTIL

Trata-se de um método volumétrico, onde a amostra é destilada, sendo os ácidos voláteis arrastados por vapor. O destilado é recolhido em um recipiente, e levado a volume conhecido. O ácido na solução é titulado com um álcali (normalmente hidróxido de sódio), de concentração conhecida e assim determina-se a acidez volátil da amostra, normalmente expressa em ácido acético.

2.2.1. REAGENTES E SOLUÇÕES

- Solução indicadora de fenolftaleína 1%
- Solução de hidróxido de sódio 0,05N
- Solução padrão de biftalato de potássio 0,051N

2.2.2. PREPARO DAS SOLUÇÕES

Solução indicadora de fenolftaleína 1%: Pesar exatamente 1,0g de fenolftaleína e dissolver em 60mL de álcool etílico (C_2H_5OH) absoluto. Transferir para balão volumétrico de 100mL e completar o volume com água destilada. Armazenar esta solução em frasco de cor âmbar com rosca esmerilhada

Solução de hidróxido de sódio 0,05: Pesar rapidamente e exatamente 2,0g de hidróxido de sódio ($NaOH$) e dissolver em um pouco de água. Transferir para balão de 1000mL e completar o volume com água destilada

Solução padrão de biftalato de potássio 0,05N: Pesar exatamente 10,2110g de biftalato de potássio ($C_8H_5KO_4$), seco em estufa, e dissolver em um pouco de água. Transferir para balão volumétrico de 1000mL e completar o volume com água destilada

2.2.3. PROCEDIMENTO

- Transferir com auxílio de pipeta volumétrica, 10 ml de amostra para a câmara de destilação do Redutec, provido de condensador apropriado para essa técnica;
- Fechar o escape de vapor lateral acima da câmara de destilação;
- Proceder a destilação por arraste com vapor, recolhendo o destilado em erlenmeyer de 250 ml de capacidade, já contendo cerca de 25 ml de água destilada de modo que a ponta do condensador esteja em contato com água;
- Acione o mecanismo de aquecimento (reostato) para produzir ebulição na câmara produtora de vapor;

- Mantenha todas as torneiras fechadas e proceda a destilação com o máximo de arraste de vapor até que se obtenha um volume de 125 ml no frasco coletor. O destilado não deve sair quente do condensador;
- Desconecte ou retire o frasco erlenmeyer do destilador Redutec;
- Adicionar ao erlenmeyer 2 a 3 gotas do indicador de Fenolftaleína a 1%
- Titular a solução de erlenmeyer com uma solução de NaOH 0,05 N, sob constante agitação, em bureta de máxima precisão possível até o ponto de viragem, que é evidenciado pela mudança de cor neutra para rósea;
- Anotar o volume de NaOH 0,05 N gasto na titulação.

2.2.4. CÁLCULOS

Os resultados são expressos em mg de ácido acético (CH_3COOH) por 100mL de amostra.

$$AV = \frac{Vg \times f \times F \times N \times 60 \times 100}{v}$$

Onde:

AV = acidez volátil (mg de ácido acético/100mL)

Vg = volume de solução de NaOH gasto na titulação (ml)

f = fator de padronização da metodologia

F = fator de correção da concentração da solução de hidróxido de sódio

N = normalidade da solução de NaOH

60 = equivalente do ácido acético

100 = fator de conversão para mg/100mL

v = volume da amostra (ml)

Exemplo da aula prática (acidez volátil do vinho):

Vg = 5,4 mL

f = 1,08

F = 0,98

N = 0,05

v = 10 mL

$$AV = 5,4 \times 1,08 \times 0,98 \times 0,05 \times 60 \times 100 / 10$$

$$AV = 171,46 \text{ mg de ácido acético/100mL}$$